

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **06-092753**

(43)Date of publication of application : **05.04.1994**

(51)Int.Cl.

C04B 38/06

C04B 35/56

// F01N 3/02

(21)Application number : **04-243245**

(71)Applicant : **IBIDEN CO LTD**

(22)Date of filing : **11.09.1992**

(72)Inventor : **DEMACHI HIROSHI
OHASHI YOSHIMI**

(54) **PRODUCTION OF SILICON CARBIDE SINTERED POROUS BODY**

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a silicon carbide sintered porous body with high productivity as a filter for collecting fine carbon particles contained in exhaust gas from the internal-combustion engine of an automobile, a generator, etc., or an industrial furnace used in the ceramic or metal industry.

CONSTITUTION: A mixture of silicon carbide powder as a base with additives such as a crystal growing aid added if necessary is extrusion-molded, the resulting molded body is dried and simultaneously subjected to dewaxing and decarburization by heating at 450-700°C for 0.5-10hr in an oxidizing atmosphere and then it is fired.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 13.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 29.01.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-92753

(43)公開日 平成6年(1994)4月5日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 38/06	E			
35/56	1 0 1 T			
	X			
// F 0 1 N 3/02	3 0 1 B			

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-243245

(22)出願日 平成4年(1992)9月11日

(71)出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72)発明者 出町 博

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ
ン株式会社北工場内

(72)発明者 大橋 義美

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ
ン株式会社北工場内

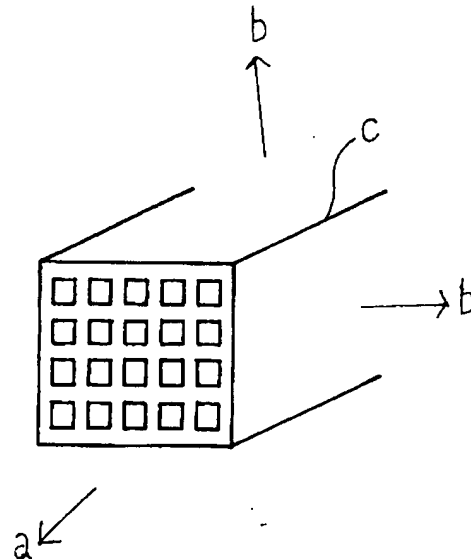
(74)代理人 弁理士 田中 宏 (外1名)

(54)【発明の名称】 炭化ケイ素焼結多孔体の製造法

(57)【要約】

【目的】自動車、発電機等の内燃機関・窯業・金属工業における工業炉等からの排ガス中に含まれる微粒炭素を捕集するフィルターとして用いられる炭化ケイ素焼結多孔体の製造方法に関する。

【構成】炭化ケイ素粉末を主成分とし、これに必要なより結晶成長助剤等の配合剤を添加した混合物を押出し成形して得られた成形体を乾燥後、酸化雰囲気下で450℃～700℃の温度範囲で0.5～10時間加熱処理により脱脂及び脱炭反応を同時に行わせ、しかる後、これを焼成することを特徴とする炭化ケイ素焼結多孔体の製造法である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭化ケイ素粉末を主成分とし、これにより結晶成長助剤等の配合剤を添加した混合物を押出し成形して得られた成形体を乾燥後、酸化雰囲気下で450℃～700℃の温度範囲で0.5～10時間加熱処理により脱脂及び脱炭反応を同時に行わせ、しかる後、これを焼成することを特徴とする炭化ケイ素焼結多孔体の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は炭化ケイ素焼結多孔体の製造法に関し、特に、自動車、発電機等の内燃機関・窯業・金属工業における工業炉等からの排ガス中に含まれる微粒炭素を捕集するフィルターとして用いられる炭化ケイ素焼結多孔体の製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、自動車、発電機等の内燃機関の排ガス中に含まれる微粒炭素を捕集し除去するために、排気経路中にセラミック製焼結多孔体をフィルターとして用いることが多く試みられている。このセラミック製焼結多孔体フィルターは、肉厚の薄い隔壁によって区分された多数の貫通孔を有するハニカム構造を有し、多孔質セラミック材料で造られている。そして、その貫通孔の一端面を市松模様状に封じ、残りの貫通孔はその他端面を封じてあり、排気ガスは開口されている一端面より導入され、隔壁を通り他端面の開口されている孔より排出され、微粒炭素は隔壁中に捕集される。これらのフィルターは、通常、押出し成形法によって製造されている。

【0003】 ところで、このセラミック製焼結多孔体としては、例えば、コージュライトや炭化ケイ素を主成分とするものが多く用いられているが、コージュライトを主成分とするものであっては、押出し成形される際にハニカム状焼結多孔体隔壁のセラミック粒子が押出し方向に配向し易いため、流体物は隔壁を通過し難く、圧力損失が大きくなるという問題がある。又、セラミック粒子が板状で、且つ、表面が比較的平滑であるために、流体物との接触面積が少なく、隔壁間の熱移動等を効率よく行なうことが出来ないという問題がある。

【0004】 一方、炭化ケイ素を主成分とするものは、コージュライトを主成分とするものより融点が高く、フィルター再使用のための高温加熱を行なっても、それに耐えることが出来る利点を有するが、他面、隔壁中に存在する気孔の占める割合が30～40%と比較的少ないため、通気抵抗が大きく、且つ、流体物との接触有効表面積が少なく、触媒担体やフィルターなどの用途には適さないものが多いという問題がある。

【0005】 又、炭化ケイ素を主成分とするものは、焼結条件や助剤などの影響を受け易く、特に、形状が大きくなるとよりその影響が大きくなり、結晶形状や気孔率の均一性に欠けるという問題がある。

【0006】 本出願人は、先にこれらの問題点を解消し、高い気孔率と均一な結晶径と気孔径を有し、流体（排ガス）との接触有効表面積が大きく、効率よく流体中の微粒炭素を捕集し除去することが出来る炭化ケイ素焼結多孔体の製造方法を提供した（特開平2-192464号公報）。例えば、特開平2-192464号公報記載の方法では、炭化ケイ素粉末を出発原料とし、これにより結晶成長助剤を添加し混合物を得る第1工程、該混合物に成形用結合剤を添加し所定の形状に成形した生成形体を得る第2工程、該生成体を、不活性ガス雰囲気下において脱脂処理後1500～1900℃の温度範囲内で一次焼結する第3工程、該一次焼結体を不活性ガス雰囲気下において、2000～2400℃の温度範囲内で二次焼結する第4工程よりなる炭化ケイ素焼結多孔体の製造方法において、該4工程における二次焼結前に、第3工程で得られた一次焼結体を、酸化雰囲気下、400～900℃の温度範囲内で加熱する脱炭処理を行う炭化ケイ素焼結多孔体の製造方法である。

【0007】 すなわち、この方法（無酸化脱脂法という）は、脱脂工程で炭化ケイ素が酸化してSiO₂の生成がなく、また、成形助剤として使用した有機化合物の揮散および分解による除去が制御し易い等の長所を有するが、反面、脱脂工程によって得られた成形体中には炭素分が残留するため脱炭工程が必要となる欠点があった。そのため、この方法は、生成形体を乾燥した後、脱脂～一次焼成～脱炭～本焼成という4回の加熱処理が必要となり、生産性が悪いだけでなく多くのエネルギーを必要とする方式であった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本願発明は、上記の事情に鑑みて成されたものであり、その目的は前記方法と同一の機能を奏し、且つ、加熱工程を脱脂工程と本焼成工程の2回に短縮した炭化ケイ素焼結多孔体の製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本願発明の要旨は、炭化ケイ素粉末を主成分とし、これにより結晶成長助剤等の配合剤を添加した混合物を押出し成形して得られた成形体を乾燥後、酸化雰囲気下で450～700℃の温度範囲で0.5～10時間加熱処理により脱脂及び脱炭反応を同時に行わせ、しかる後、これを焼成することを特徴とする炭化ケイ素焼結多孔体の製造法である。

【0010】 即ち、従来の方法では先に述べたように生成形体を乾燥後、脱脂～一次焼成～脱炭～本焼成のように4回の加熱工程を、本願発明では特定の加熱条件を設定することによって、一次焼成および脱炭工程を省略することに成功したものである。

【0011】 しかして、本願発明のように酸化雰囲気での脱炭は、如何にして生成形体中の炭化ケイ素が酸化されないようにするかということ、および、被脱脂体中の

10

20

30

40

50

炭素分を効率良く除去するかということである。

【0012】そこで、炭化ケイ素の酸化条件について種々検討した結果、脱脂温度と時間の影響が大きく影響することが明らかになった。即ち、脱脂温度が500℃で、処理時間が3時間以内では、炭化ケイ素の酸化は殆どないが、700℃では処理時間が長くなるに従い、炭化ケイ素の酸化が顕著になってくるという関係が明らかになってきた。又、被脱脂体中の炭素分の除去は通常の酸化雰囲気では、500℃でも効率良く脱炭出来ることが明らかになり、処理温度が高くなれば、処理時間は短くなるという関係があることを明らかにすることが出来た。したがって、本願発明においては酸化雰囲気下で450～700℃の温度範囲で0.5～10時間という酸化脱脂の加熱処理条件を設定することによって脱脂及び脱炭反応を同時に行わせることが可能となったのである。

【0013】以下、本発明について詳細に説明する。本発明において使用する原料は炭化ケイ素粉末を主成分とし、これに配合剤を加えたものは通常坯土と称され、この種のハニカム構造を有するフィルタの原料として使用されているもので、配合剤としては、例えば、分散溶媒、有機結合剤、成形助剤、及び、潤滑剤等であり、分散溶剤としては水、有機結合剤としてはポリビニルアルコール、成形助剤としてメチルセルロース、潤滑剤としてグリセリン等である。これを成形する手段としては、特に限定させるものではないが通常真空押出し成形法が採られている。ついで、これを乾燥して生成形体とする。乾燥条件としては乾燥開始時点は80℃以下で湿度は40%RH以上とすることが好ましい。乾燥手段としては熱風乾燥、減圧乾燥、マイクロ波乾燥等何れの手段でも良いが、表面層と内部とが余り差が生じるような乾燥は、クラックの発生原因となるので好ましくない。次に、本発明の特徴である脱脂及び脱炭反応を同時に行わせる酸素雰囲気下での加熱処理を施す。加熱温度は450～700℃であり、好ましくは、約500℃前後である。700℃以上では炭化ケイ素の酸化が進行し、450℃以下では脱脂が不十分で目的を達成しない。加熱時間としては0.5～10時間であり、0.5時間未満では脱脂及び脱炭反応が充分行われず、また、10時間以上では酸化反応を生じて好ましくない。そして、加熱手段としては何れの方法でも良いが、例えば、空気中でのLPGガスバーナーで行うのが好ましい。最後に、これ

を焼成して製品を得る。焼成温度としては通常セラミック製品を製造する場合と異ならず、不活性雰囲気下で約2,000℃～2,500℃の範囲で行う。

【0014】次に実施例により本発明を更に具体的に説明する。

【実施例】

実施例 1

炭化ケイ素パウダー100重量部に対し、成形助剤としてメチルセルロースを9重量部、ポリアルキレングリコール誘導体系の潤滑剤を4重量部、及び、水を20重量部を添加混合・混練した坯土を、真空押出成形機により、30 Torrの真空度で、押出圧力60 kg/cm²、成形スピード400 mm/minにて、外寸が30 mm×30 mm×150 mmの角棒状でセル壁厚が0.3 mmでセル数が200ヶ/in²の炭化ケイ素質成形体を押出成形を行った。得られた成形体を180℃で5時間乾燥し（生成形体）、これを被脱脂体とした。

【0015】この被脱脂体を、LPGを燃料としたエキセス・エアーバーナーを用いたガス炉で温度500℃で2時間処理することにより生成された脱脂体は、遊離炭素含有量および焼成減量は であり、且つ脱脂体中の炭化ケイ素の酸化が殆ど認められなかった。前記脱脂体をA r ガス雰囲気中で2,200℃の温度で4時間処理した焼結体は気孔率40%、平均気孔径15 μmである。また、押出機の押出ダイスから押出された成形体の軸方向をa軸方向、a軸方向に対して直角方向をb軸方向、b軸方向より45°偏向した、すなわち、辺の交点を結ぶ軸方向をc軸方向とすると（図1参照）、焼結体の圧縮強度は、a軸で500 kg/cm²、b軸で70 kg/cm²、c軸で30 kg/cm²あり、実用上に差支えない強度を有していることが明らかになった。

【0016】

【発明の効果】以上述べたように、本発明においては、特定の条件下で脱脂及び脱炭反応を同時に行わせる酸素雰囲気下での加熱処理を行うことによって、従来のように4回の加熱処理を施すことが無いので、生産性が極めて良好であるだけでなく省エネルギーを実施することが出来る等の効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法によって得られた焼結体の軸方向を示す。

(4)

特開平6-92753

【図1】

